

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl<sup>6</sup>

B22F 1/02

C23C 26/00 G03G 9/083

C09C 1/00 C03C 12/00

H01F 1/11

## [12]发明专利申请公开说明书

[21]申请号 97196396.7

[43]公开日 1999年8月4日

[11]公开号 CN 1225047A

[22]申请日 97.6.6 [21]申请号 97196396.7

[30]优先权

[32]96.6.10 [33]JP [31]147422/96

[86]国际申请 PCT/JP97/01942 97.6.6

[87]国际公布 WO97/47417 日 97.12.18

[85]进入国家阶段日期 99.1.14

[71]申请人 日铁矿业株式会社

地址 日本东京

共同申请人 中塙胜人

[72]发明人 中塙胜人

新子贵史

[74]专利代理机构 柳沈知识产权律师事务所

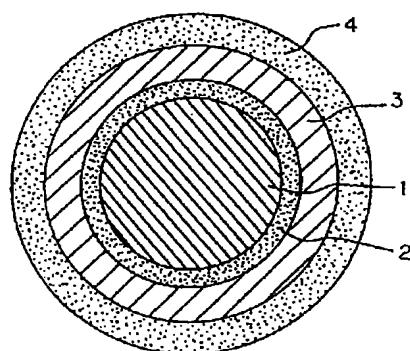
代理人 李晓舒

权利要求书1页 说明书12页 附图页数1页

[54]发明名称 多层包覆粉末及其生产方法

[57]摘要

在用两层或多层金属氧化物等包覆一种金属、金属氧化物等基体粉末形成多层包覆粉末的工艺中，金属氧化物等的膜是通过一种廉价的金属盐的分解等形成的。这一点是通过以下方法实现的，当发生能够产生酸等的金属盐分解反应等时，使得粉末颗粒不被酸腐蚀。多层包覆粉末的多层膜包括至少一层由一种金属醇盐的水解形成的金属氢氧化物或金属氧化物膜组成的层，作为沉积在上述层之外的一层是一层由金属盐的反应（如中和反应或热解反应）形成的金属氢氧化物或金属氧化物膜组成的包覆膜。通过加热，由金属醇盐水解形成的这种金属氢氧化物或金属氧化物膜变成一种致密的金属氧化物膜。



ISSN 1008-4274

因此，可以在作为基体的粉末颗粒表面形成一个多层次膜。在形成这种膜时，可以通过这样的成膜条件使每层具有一个给定的厚度从而获得所需的性能。

根据本发明从金属醇盐形成于基体粉末颗粒表面的金属氧化物等的膜而制得的颗粒不太适用于从金属盐形成于其上一个金属氧化物膜等膜的热处理的影响。所以，可以通过一个简单工艺形成一个金属氧化物等的多层次包覆膜，该工艺使用一种金属盐作为廉价的初始材料。特别地，不用昂贵的金属醇盐作为初始材料就能获得多层次包覆粉末是一个极为重要的优点。

在本发明的用于生产多层次包覆粉末的工艺中，可以用多种方法获得一个多层次膜。例如，可以通过连续步骤形成一个多层次膜，也可以一步一步地形成各单层包覆膜。另一种可以替代的方式是，把形成单层和形成多层次的工艺结合起来进行。

对于金属膜包覆而言，除了无电涂镀外，还可以选用接触电镀或溅射。但是，对于接触电镀来说，与电极不接触的粉末颗粒不能电镀。对于溅射来说，金属气相不能均匀地施加于粉末颗粒。所以，用这两种方法形成的包层厚度，不同颗粒之间有所差别。相反，优先选用的无电镀涂镀方法可以形成致密、均匀的膜，而且膜的厚度也容易调整。

由于这样形成的粉末表面具有一个多层次包覆的金属氧化物膜，根据所用粉末材料和组成其表面包覆膜的金属氧化物材料这种粉末被赋予各种各样的性能，因而它可以用于各种各样的目的。例如，当选用一种磁性材料，如金属铁、氮化铁或四氧化三铁作为粉末，表面包覆比该种磁性材料反射指数低的氧化硅，外层再包覆一层高反射指数的氧化钛，那么就可以得到一种高度白色的磁性粉末。当选用一种导体，如银、铜、或铝作为粉末基体，在该金属层上包覆一个金属氧化物如氧化铝绝缘膜，那么就可以得到一种具有电绝缘表面层的导热粉末。

此外，当譬如形成于一个物体表面的各层具有不同的反射指数，并使组成每层膜的物质的反射指数和其厚度之积对应于电磁波长的四分之一，那么由于干射效应(Fresnel 反射)多数可见光线被反射。这种功效可用于生产一种作为可反光且具有高亮度白色的磁性调色剂的磁性粉末，其用一种磁性材料，如铁、钴、或镍等金属粉末、合金粉末、或铁的氮化物粉末作为核心，在该核心表面形成一个高反射性金属如银或钴层，再在其外层形成

一个具有比上述金属较低折射指数的氧化物层，如氧化硅，并且使氧化物折射指数和该膜厚度的乘积为可见光波长的四分之一，然后用一种高折射指数氧化物如氧化锆包覆该膜层，并使其折射指数和厚度的乘积为可见光波长的四分之一。

5 可以把制得的粉末在一种惰性气体中于 200 ~ 800 °C 加热。这样就可以得到具有更高白度的牢固粉末。如果对粉末进行上述热处理，那么通过热处理所得到的粉末也应该满足每层的折射指数和膜厚度之积为可见光波长四分之一的要求。

10 在这种粉末表面形成一个彩色层并再在该彩色层上形成一个树脂层将得到一种磁性彩色调色剂。由于可见光波长分布在某个范围内，因此组成磁性调色剂的各个颗粒可以具有用不同的金属层形成的氧化物层，从而使各层厚度在某个范围内稍有差别，但材料的折射指数和膜厚之积靠近于某一可见光波长的四分之一。

15 在生产由干涉反射加色的多层粉末时，一种高折射指数膜和一种低折射指数膜以各自产生 Fresnel 干涉所需的厚度交替形成，从而使目标光谱波长的光得到反射。

20 图 1 给出了这种粉末颗粒的截面图。它显示了通过干涉反射调色的一颗粉末颗粒，该颗粒包括一个作为基体的颗粒 1(玻璃珠)、一个形成于其表面上的金属膜 2、一个从一种醇盐形成于膜 2 上的低折射指数金属氧化物膜 A(由 3 代表)、以及一个形成于膜 A 之上的高折射指数金属氧化物膜 B(由 4 代表)。

下面将解释本发明所用的初始材料，尤其是金属盐。

25 用于形成高折射指数膜的优选材料包括：钛的化合物，如用于形成氧化钛膜的卤化物和硫酸盐；锆的化合物，如用于形成氧化锆膜的卤化物、硫酸盐、羧化物、草酸盐、和螯合物；铈的化合物，如用于形成氧化铈膜的卤化物、硫酸盐、羧化物、和草酸盐；铋的化合物，如用于形成氧化铋膜的卤化物、硝酸盐和羧化物；以及铟的化合物，如用于形成氧化铟膜的卤化物和硫酸盐。

30 用于形成低折射指数膜的优选材料包括：用于形成氧化硅膜的硅酸钠、水玻璃、卤化硅、有机硅的化合物如硅烷、和它们的聚合物；用于形成氧化铝膜的铝的化合物如卤化物、硫酸盐、和螯合物；以及用于形成氧